

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09176054 A**(43) Date of publication of application: **08 . 07 . 97**

(51) Int. Cl. **C07B 63/00**  
**B01D 9/02**  
**B01D 9/02**  
**C07C 7/14**  
**C07C 15/24**

(21) Application number: **07339341**(22) Date of filing: **26 . 12 . 95**(71) Applicant: **KOBE STEEL LTD**

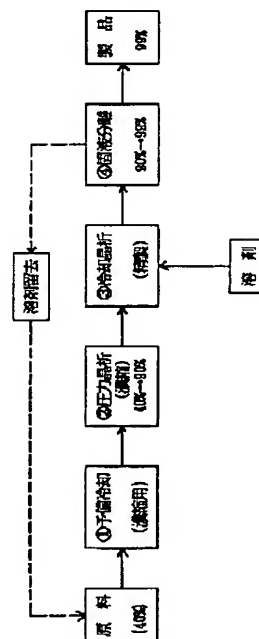
(72) Inventor: **NAGAOKA KOICHI**  
**YAMAMOTO KOJI**  
**MOTOYUKI MASAHIRO**

**(54) PURIFICATION OF CRYSTALLINE SUBSTANCE****(57) Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To recover a specific substance of high purity from a mixture containing the specific substance in a high yield through relatively simple operations by concentration the starting mixture up to a certain level of concentration and effecting pressure crystallization.

**SOLUTION:** (A) A liquid mixture or (B) a slurry mixture in which the specific substance partially crystallizes out is subjected to the pressure crystallization to increase the amount of the crystals to prepare the crystals in which the component A is concentrated. Then, the crystals are dissolved in a good solvent for the specific substance and cooled down to recrystallize out the component A. The component A is 2,6-dimethylnaphthalene, the component B contains dimethylnaphthalene isomers and the component C is an alcoholic solvent such as ethanol in this invention.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-176054

(43) 公開日 平成9年(1997)7月8日

| (51) Int.Cl. <sup>8</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号  | F I           | 技術表示箇所  |
|---------------------------|-------|---------|---------------|---------|
| C 0 7 B 63/00             |       | 7419-4H | C 0 7 B 63/00 | E       |
| B 0 1 D 9/02              | 6 0 1 |         | B 0 1 D 9/02  | 6 0 1 H |
|                           | 6 0 2 |         |               | 6 0 2 D |
| C 0 7 C 7/14              |       | 6958-4H | C 0 7 C 7/14  |         |
| 15/24                     |       | 6958-4H | 15/24         |         |
| 審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全7頁)  |       |         |               |         |

(21) 出願番号 特願平7-339341

(22) 出願日 平成7年(1995)12月26日

(71) 出願人 000001199  
株式会社神戸製鋼所  
兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 永岡 浩一  
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号  
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 山本 浩司  
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号  
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 元行 正浩  
大阪市中央区備後町4丁目1番3号 株式会社神戸製鋼所大阪支社内

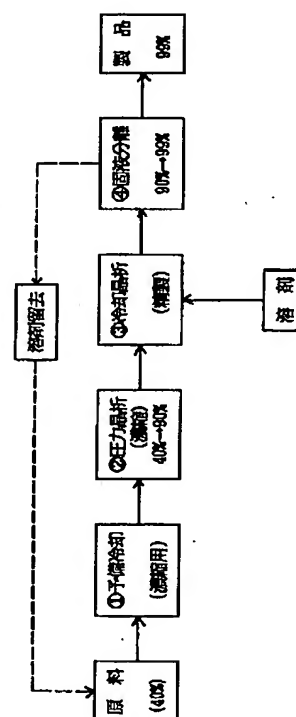
(74) 代理人 弁理士 植木 久一

(54) 【発明の名称】 結晶性物質の精製方法

(57) 【要約】

【課題】 特定物質濃度の低い原料混合物から、該特定物質の濃縮と精製を比較的簡単な手順で効率よく行なうことのできる方法を提供すること。

【解決手段】 特定物質を含む混合物から該特定物質を精製する方法であり、(1) 液状もしくは該特定物質が一部晶出したスラリー状の上記混合物を高圧力下の晶析操作に付し、上記特定物質の結晶量を増加させて上記特定物質の濃縮された結晶を得る工程、(2a) 上記で得られる特定物質の濃縮された結晶を、該結晶を良く溶解する溶剤に溶解し、冷却下の晶析操作に付すことによって特定物質を再結晶させる工程によって結晶性物質の精製を行なう。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 特定物質を含む混合物から該特定物質を精製する方法であって、

(1) 液状もしくは該特定物質が一部晶出したスラリー状の上記混合物を高圧力下の晶析操作に付し、上記特定物質の結晶量を増加させて上記特定物質の濃縮された結晶を得る工程、

(2a) 上記で得られる特定物質の濃縮された結晶を、該結晶を良く溶解する溶剤に溶解し、冷却下の晶析操作に付すことによって特定物質を再結晶させる工程を実施することを特徴とする結晶性物質の精製方法。

【請求項2】 特定物質を含む混合物から該特定物質を精製する方法であって、

(1) 液状もしくは該特定物質が一部晶出したスラリー状の上記混合物を高圧力下の晶析操作に付し、上記特定物質の結晶量を増加させて上記特定物質の濃縮された結晶を得る工程、

(2b) 上記で得られる特定物質の濃縮された結晶を、該結晶を溶解することのできる溶剤によって洗浄する工程、を実施することを特徴とする結晶性物質の精製方法。

【請求項3】 特定物質が2, 6-ジメチルナフタレンであり、混合物がジメチルナフタレン異性体を含有するものである請求項1または2に記載の精製方法。

【請求項4】 結晶を良く溶解する溶剤がアルコール系溶剤である請求項3に記載の精製方法。

【請求項5】 結晶を溶解することのできる溶剤が、芳香族系溶剤である請求項3に記載の精製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、結晶性の特定物質を含む混合物から該特定物質を高収率かつ高純度で得ることのできる精製方法に関し、この方法は、たとえば石炭や石油留分として得られ、あるいはナフタレンへのメチル基の付加もしくは炭化水素の環化反応等によって得られるジメチルナフタレン異性体を含む混合物から、高純度の2, 6-ジメチルナフタレンを得る方法などとして有効に活用することができる。

## 【0002】

【従来の技術】特定物質を含む混合物から該特定物質を分離して精製する方法としては、従来より沸点差を利用した蒸留法、温度による溶剤への溶解度差を利用した冷却晶析法等が汎用されており、また最近では、圧力差を利用した圧力晶析法等も提案されている。しかしながら何れの方法にしても、特定物質濃度の低い原料混合物から特定物質を一段の処理で高純度かつ高収率に精製することは困難であり、通常は、比較的低濃度の原料混合物を複数段の処理に付して逐次特定物質濃度を高めていく方法を採用しているが、特に特定物質と共に物性（沸点や溶剤に対する溶解度など）の近似した他の物質が含ま

れている場合は、特定物質の濃縮乃至精製に様々の問題が生じてくる。

【0003】例えば2, 6-ジメチルナフタレン（以下、ジメチルナフタレンをDMNと略記する）を精製する場合を例にとって説明すると、2, 6-DMNは、石炭留分や石油留分から蒸留等によって濃縮するか、或はナフタレンへのメチル基の付加反応、炭化水素の環化反応等によって得られるが、いずれも複数のDMN異性体を含む混合物として得られる。DMNは10種の異性体を有しており、それら異性体の沸点は互いに近接しているため、分別蒸留による濃縮にはおのずと限界があり、2, 6-DMNとしての濃度で10～40%程度にまでしか高めることができない。

【0004】また本出願人は2, 6-DMNの効率的な精製法として先に圧力晶析法（特開昭63-275528号）を提案したが、この方法を効率よく実施するには、原料混合物としての2, 6-DMN濃度が50%程度以上でなければならず、2, 6-DMN濃度が10～40%である通常の原料混合物を該圧力晶析にかけても、高純度の2, 6-DMNを得ることは難しい。

【0005】そこで、上記の圧力晶析法を利用して高純度の2, 6-DMNを得ようとする場合は、まず原料混合物を濃縮して2, 6-DMN濃度を40%程度を超える濃度にまで高めてから圧力晶析による最終的な精製を行なう必要があり、その手順としては、下記（A）の方法が考えられる。

【0006】（A）冷却晶析法により濃縮してから圧力晶析法で精製する方法

処理手順：原料混合物（2, 6-DMN濃度：40%以下）→①濃縮のための冷却→②固液分離（2, 6-DMN濃度：40%以下→約70%）→③精製のための予備冷却→④圧力晶析（2, 6-DMN濃度：約70%→99%以上）→精製品（図3のフロー図参照）

【0007】即ち、まず①の工程では、原料混合物を冷却して目的物質の結晶を含むスラリー状態とし、②の工程で該スラリーを遠心分離機や圧搾濾過機等の固液分離機にかけて不純物を多く含んだ母液を分離除去し、次工程の精製に必要なレベルまで目的物質濃度を高める。次いで③の工程では、②の工程で得た濃縮物を冷却して目的物質が一部析出したスラリー状態とし、④の工程で該スラリーを圧力晶析に付し、加圧によって目的物質の結晶を増加させると共に不純物を多く含んだ母液を排出し、高純度の2, 6-DMN（精製品）を得る。上記④の圧力晶析工程では、圧力晶析の原料となるスラリー中の特定物質濃度が低い（70%程度）ので、これを一気に99%程度の高純度まで精製するには、晶析圧力を相対的に低く抑えて不純物の析出を可及的に抑えと共に、圧力晶析末期に行なわれる発汗を十分に行なって結晶表面に付着した不純物を可及的に除去しなければならず、目的物質の回収率は大幅に低下してくる。また、圧

力晶析を複数段に分け、特定物質濃度をたとえば第1段階で70%→80%、第2段階で80%→90%、最終段階で90%→99%と言ったふうに順次高めていくことも可能であるが、この方法は作業効率が低い上に各段階でのロスを掛け合わせたトータルロスも多くなるため、目的物質の回収率も大幅に低下してくる。また他の濃縮・精製法として下記(B)の方法が考えられる。

【0008】(B)濃縮、精製ともに冷却晶析を採用する方法

処理手順：原料混合物(2, 6-DMN濃度：40%以下)→①冷却晶析による濃縮→②固液分離(2, 6-DMN濃度：40%以下→約70%)→③溶剤を用いた冷却晶析→④固液分離(2, 6-DMN濃度：約70%→99%以上)→精製品(図3のフロー図参照)

【0009】即ち上記(A)の方法と同様にして、まず①の工程では、原料混合物を冷却して目的物質の結晶を含むスラリー状態とし、②の工程で該スラリーを遠心分離機や圧搾濾過機等の固液分離機にかけて不純物を多く含んだ母液を分離除去し、次工程の精製に必要なレベルまで目的物質濃度を高める。このとき、最終の精製を冷却晶析によって行なうには、該精製工程での原料濃度をかなり高くしておくことが必要であり、②の固液分離工程では、結晶に付着残存する母液の付着量(含液率)を10%程度以下にして不純物を可及的に除去することが必要となる。従ってこの工程では、分離末期の発汗を十分に行なうと共に、圧搾濾過など高度に母液を分離できる固液分離法を採用して不純物を十分に除去しなければならず、母液と共に排出される目的物質の量はおのずと多くなるため、目的物質の回収率は低下してくる。また、冷却晶析による濃縮を複数段に分け、特定物質濃度をたとえば第1段階で40%→60%、第2段階で60%→80%、最終段階で80%→90%と言ったふうに順次高めていくことも可能であるが、この方法は作業効率が低い上に各段階でのロスを掛け合わせたトータルロスも多くなるため、目的物質の回収率も大幅に低下してくる。

【0010】上記の様にして90%レベルにまで濃縮した後、③の工程で最終の冷却晶析によって精製を行なう。尚冷却晶析法を採用して精製を行なう場合、原料中の目的物質濃度が高いと僅かな温度変化でスラリー濃度(固液共存物中の結晶濃度)が大きく変動し、スラリーの取扱いや固液分離が困難になるため、溶剤を加えて希釈した上で冷却晶析を行なう必要がある。溶剤としては、2, 6-DMNの場合はベンゼン等の芳香族系溶剤やアルコール類が用いられる。その後④の工程で、目的物質の析出したスラリーを固液分離して母液を分離除去し目的物を結晶として採取するが、このときの固液分離には遠心分離法等も採用できる。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】ところが上記(A),

(B)法に共通する問題として、何れも目的物質の濃縮に冷却晶析法を採用しているため、取扱い性を高めることの必要上スラリー中の結晶濃度を十分に高めることができず、処理工程全体としての目的物質の回収率を十分に高めることができない。即ち、結晶を含むスラリーの輸送や取扱い性を考えると、扱えるスラリー中の結晶濃度は20%程度が限界であり、それ以上の結晶含有率のスラリーを一段の濃縮工程で得ることは困難であり、該濃度が律速となって回収率はおのずと低くならざるを得ない。そして目的物質の回収率を高めるには、濃縮工程で排出される母液中に相当量溶け込んでいる目的物質の回収と濃縮を更に複数回繰り返さなければならず、作業が煩雑で効率も低下すると共に処理設備も大きくしなければならない。

【0012】また上記(A)の方法では、高融点の目的物質を扱うときに次の様な問題も生じてくる。例えば2, 6-DMNの融点は110℃であり、このような高融点物質を冷却晶析法によって濃縮するには、設備温度をそれ以上に高めなければならないため、設備の保温等の管理が煩雑となるばかりでなく発汗精製を高温で行なわなければならないため温度管理も難しく、到達純度も十分に上がらない。

【0013】本発明は上記の様な従来技術の問題点に着目してなされたものであって、その目的は、特定物質濃度の低い原料混合物から、該特定物質の濃縮と精製を比較的簡単な手順で効率よく行なうことのできる方法を提供しようとするものである。

【0014】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決することのできた本発明に係る結晶性物質の精製方法とは、特定物質を含む混合物から該特定物質を精製する方法であって、(1)液状もしくは該特定物質が一部晶出したスラリー状の上記混合物を高圧力下の晶析操作に付し、上記特定物質の結晶量を増加させて上記特定物質の濃縮された結晶を得る工程、(2a)上記で得られる特定物質の濃縮された結晶を、該結晶を良く溶解する溶剤に溶解し、冷却下の晶析操作に付すことによって特定物質を再結晶させる工程、あるいは(2b)上記で得られる特定物質の濃縮された結晶を、該結晶を溶解することのできる溶剤によって洗浄する工程、を実施するところにその特徴を有している。

【0015】そしてこの精製方法は、たとえばジメチルナフタレン異性体混合物から2, 6-ジメチルナフタレンを特定物質として分離精製する方法などとして有効に活用することができ、この場合、冷却下の晶析を行なう際に用いる結晶を良く溶解する溶剤としてはアルコール系溶剤が好ましく、また結晶の洗浄に用いられる結晶を溶解することのできる溶剤としては、芳香族系溶剤が好ましく用いられる。

【0016】

【発明の実施の形態】上記の様に本発明で採用される精製方法は、精製前段階として行なわれる特定物質の濃縮に圧力晶析法を採用し、最終の精製段階では溶剤を用いた冷却晶析もしくは溶媒洗浄を採用し、これらの組合せによって従来技術で指摘した前述の問題点を解消し、比較的簡単な操作・手順で特定物質を高純度、高収率で効率よく得ることに成功したものである。

【0017】図1、2は、本発明で採用される精製手順を示すフロー図であり、図1は請求項1に記載の方法、図2は請求項2に記載の方法を夫々実施する際の手順を示している。

【0018】まず図1のフロー図において、①の工程では、前記従来法と実質的に同様の目的物質濃度の原料混合物を冷却し、目的物質の結晶を含むスラリー状態としてから、②の工程で圧力晶析による濃縮を行なう。

【0019】この様に圧力晶析法で濃縮する方法を採用すれば、高压容器内でのスラリー濃度に制限がなく、即ち、前述した様に従来の冷却晶析法を採用する際の輸送性や取扱い性を確保することの必要からスラリー濃度を20%程度の低濃度に抑える必要がなく、スラリー濃度を十分に高めることができるので、冷却晶析によって濃縮する場合に比べて目的物質の回収率を大幅に高めることが可能となる。しかも、圧力晶析を目的物質濃度で90%程度までの濃縮に止めるという前提の下では、精製を目的とする通常の圧力晶析における発汗・洗浄・圧搾といった操作を最後まで行なわず、母液の排出を途中で止めればよいので、母液に混入して排出される目的物質のロスも抑えられ、目的物質の回収率は更に高められる。また圧力晶析で精製を行なうには、発汗・洗浄・圧搾を確実にこなうのに高精度の制御機器（温度、圧力、母液排出量等の制御）を必要とするが、濃縮を目的とする場合はその制御を著しく簡素化することができ、圧力晶析設備の装置・機構を簡略化することも可能となる。

【0020】更に、圧力晶析を濃縮によって行なうことの他の利点として、次の点が挙げられる。即ち目的物質濃度が50%程度以下の原料を用いて一段の圧力晶析で99%以上の高純度物に精製することはかなり難しい。しかして、圧力晶析によって得られる精製結晶の純度は、結晶中に残存する母液の量と純度に依存し、低濃度原料を圧力晶析にかけたときは、母液中の不純物濃度が高くなるため、精製結晶の純度は上がりにくい。ところが純度90%程度までの濃縮に圧力晶析を利用する場合、結晶中に残存する母液の不純物濃度が比較的高くてもよいので、精製する場合よりもやや高めの圧力で母液の排出を行なうことによって、母液と共に排出される目的物質量を低減することが可能となり、ひいては目的物質の回収率を高めることができる。

【0021】かくして②の工程で目的物質濃度を90%程度にまで濃縮した後は、③の工程で該濃縮結晶を適当な溶剤に溶解して常法により冷却晶析を行ない、④の工

程で固液分離し目的物質を高純度の結晶として得ればよい。該③の冷却晶析工程の原料となる濃縮結晶は、前述の如く②の圧力晶析工程で90%程度まで濃縮されているので、該冷却晶析時の負荷が少なく且つ目的物質のロスも抑えられ、高純度の目的物質を高収率で得ることが可能となる。

【0022】尚、上記では③の工程で溶剤を用いた冷却晶析法を採用したが、図2の方法では、これに代えて⑤の溶剤洗浄による精製を採用している。即ち②の圧力晶析工程では、目的物質を核として母液中の該目的物質が晶出し成長していくものであり、濃縮結晶の純度を下げているのは前述の如く該結晶の表面に付着残存した母液中の不純物であるから、該濃縮結晶を適当な溶剤によって洗浄しその表面に付着残存した母液を該溶剤によって洗浄し、④の固液分離によって液相を除去してやれば、濃縮結晶から目的物質を高純度の結晶として得ることができる。

【0023】尚上記図1、2の方法を実施するに際し、④の固液分離工程で排出される母液あるいは溶剤洗浄液中には、目的物質が相当量溶解・混入しており、使用する溶剤の種類や量にもよるが、該母液あるいは洗浄液中には60～75%程度の目的物質が混入している。従ってこの母液や洗浄液は、図1、2に破線で示す如く、必要により溶剤を揮発除去して、後続の出発原料に返還して循環処理すれば、濃縮・精製系全体としての目的物質の回収率を高めることができるので好ましい。

【0024】上記の様に本発明では、特定物質濃度が40%程度の低濃度原料から90%程度までの濃縮に、スラリー濃度を支障なく高めて目的物質の回収率を高めることができ、しかもその後の精製負荷を軽減できる圧力晶析法を活用し、最終の精製工程では、高濃度品からの精製を簡単な操作で効率よく行なうことのできる溶剤を用いた冷却晶析法あるいは溶剤洗浄法を活用することにより、比較的低濃度の原料混合物から比較的簡単な操作・手順で高純度の特定物質を収率良く回収できることになった。

【0025】尚、本発明で採用される圧力晶析や冷却晶析の具体的な操作条件（温度、圧力など）等は、目的物質や不純物の種類等に応じて、適宜最適の条件を設定すればよい。また精製のための冷却晶析もしくは洗浄に用いる溶剤の種類等についても、目的物質の種類等に応じて適宜選択して決定すればよく、例えば目的物質が2, 6-DMNであるときの好ましい溶剤は、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族系溶剤、メタノール、エタノール等の低級アルコール系溶剤、などである。

【0026】また、本発明法が適用される精製目的の特定物質として代表的なのは、前述の如く2, 6-DMNであるが、要は精製目的となる特性物質を含む混合物溶液の状態図において、該特定物質が最初に析出するタイプの混合物であれば同様に適用することができる。この

様な化合物としては、上記2, 6-DMN以外に、例えばフェノール、クレゾール類、ナフタレン、ハロゲン化ベンゼン類、インドールなど窒素を環内に有する芳香族化合物、アルキルベンゼン類、アルキルナフタレン類等が例示される。

#### 【0027】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。尚、下記において「%」とあるのは「重量%」を意味する。

#### 【0028】実施例1

予備冷却晶析法によって得た、2, 6-DMN含有量：40%、2, 7-DMN含有量：16%、その他のDMN異性体含有量：44%からなる混合物を原料とし、その100kgを48℃に加温してスラリー濃度を20%とし、これを高圧晶析にかけて2, 6-DMNの濃縮を行なった。この圧力晶析は、圧力：1500kg/cm<sup>2</sup>、温度：70℃で3分間保持して結晶を晶出させた後、フィルターを通して母液を排出させ、2, 6-DMN濃度が90%のケーキ状粗結晶28kgを得た。

【0029】次いでこの粗結晶を圧力容器から取り出し、重量比で5倍量のエタノールを加え60℃に加熱して粗結晶の全てを溶解させ、その後溶液を20℃に冷却して2, 6-DMNの結晶を析出させてから、遠心分離機によって固液分離を行ない、2, 6-DMN純度が99%の結晶18.2kg（原料中の2, 6-DMN量に対して45.5%）を得た。

#### 【0030】実施例2

予備冷却晶析法によって得た上記実施例1と同じ物質組成の混合物を原料とし、且つ実施例1と同様にして圧力晶析による濃縮を行ない、2, 6-DMN濃度が90%のケーキ状粗結晶28kgを得た。次いでこのケーキ状粗結晶を圧力容器から取り出して破碎し、これに重量比で2倍量のベンゼンを加えてから20℃で1時間攪拌し、次いで遠心分離機によって固液分離を行ない、2, 6-DMN純度が99%の結晶18.0kg（原料中の2, 6-DMN量に対して45.0%）を得た。

#### 【0031】実施例3

上記実施例1の濃縮・精製法を実施するに際し、精製工程の遠心分離機で固液分離される母液中には相当量の2, 6-DMNが含まれている。そこで、該母液中の溶剤を減圧下に留去したところ、2, 6-DMN濃度が71%の混合物9.8kgが得られた。この混合物9.8kgを、当初の原料混合物（2, 6-DMN濃度：42.8%）100kgに混合し、実施例1と全く同様にして濃縮および精製を行なったところ、最終的に2, 6-DMN純度が99%の結晶20.0kg（原料中の2, 6-DMN量に対して50.0%）が得られた。

#### 【0032】比較例1

前記(A)として記載した従来法、即ち「冷却晶析法により濃縮してから圧力晶析法で精製する方法」を採用し、実施例1で用いたのと同じ物質組成の原料混合物100kgを48℃に加温してスラリー濃度20%とする。次いでこのスラリーを軽度の圧搾濾過にかけて固液分離すると、結晶間の隙間に相当量の母液を含む2, 6-DMN濃度70%の濃縮物28.6kgが得られた。

【0033】この濃縮物を87℃に加温してスラリー濃度20%とし、実施例1に準じて圧力晶析および固液分離を行なった。このとき、圧力晶析にかかる混合物の目的物質濃度が低い（70%）ため、99%レベルの純度を確保するには、固液分離時の発汗・洗浄・圧搾を十分に行なわねばならず、液相として多量の母液を排出させる必要があり、最終的に得られる2, 6-DMN濃度99%の結晶は10.6kg（原料中の2, 6-DMN量に対し26.5%）であり、2, 6-DMNの回収率は、前記実施例1, 2の約60%、実施例3の53%に過ぎず、目的物質としての回収率において著しく劣るものであった。

#### 【0034】比較例2

前記(B)として記載した従来法、即ち「濃縮、精製ともに冷却晶析を採用する方法」を採用し、実施例1で用いたのと同じ成分組成の原料混合物100kgを48℃に加温してスラリー濃度20%とする。次いでこのスラリーを高度の圧搾濾過にかけて母液を可及的に除去すると、2, 6-DMN濃度90%の濃縮物としての収量は18.9kgに低減した。

【0035】この濃縮物を破碎し、これに重量比で2倍量のベンゼンを加えてから20℃で1時間攪拌し、次いで遠心分離機により固液分離することによって得られる2, 6-DMN純度99%の結晶は12.2kg（原料中の2, 6-DMN量に対して30.6%）となり、2, 6-DMNの回収率は、前記実施例1, 2の約68%、実施例3の61%に過ぎず、目的物質としての回収率において著しく劣るものであった。

#### 【0036】

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、圧力晶析を用いた濃縮と冷却晶析による精製をうまく組合せることによって、特定物質を含む混合物から高純度の特定物質を比較的簡単な操作で収率よく回収することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

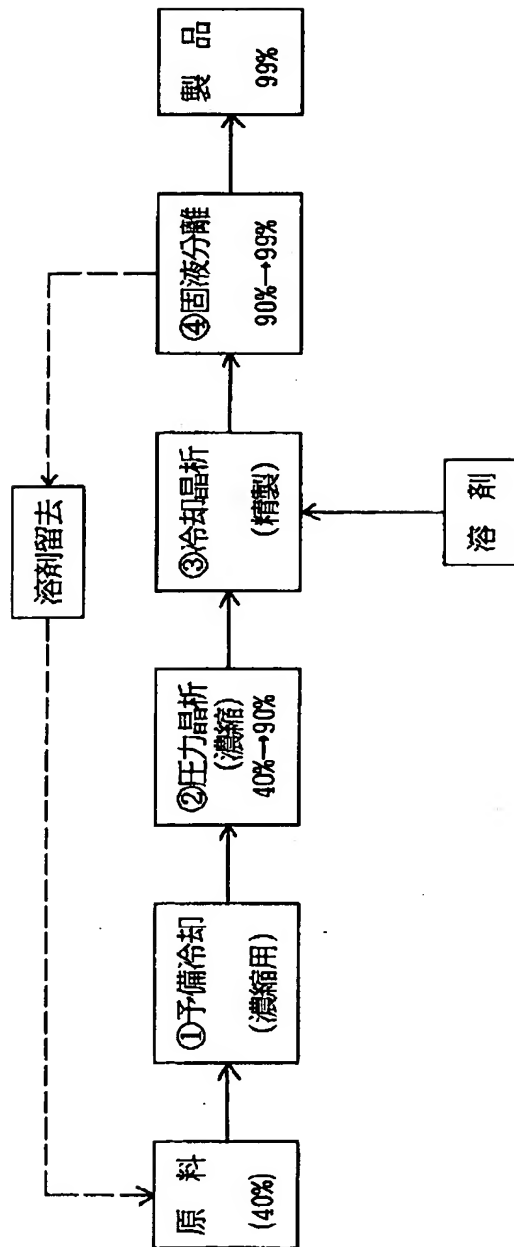
【図1】本発明で採用される濃縮・精製法を示すフロー図である。

【図2】本発明で採用される他の濃縮・精製法を示すフロー図である。

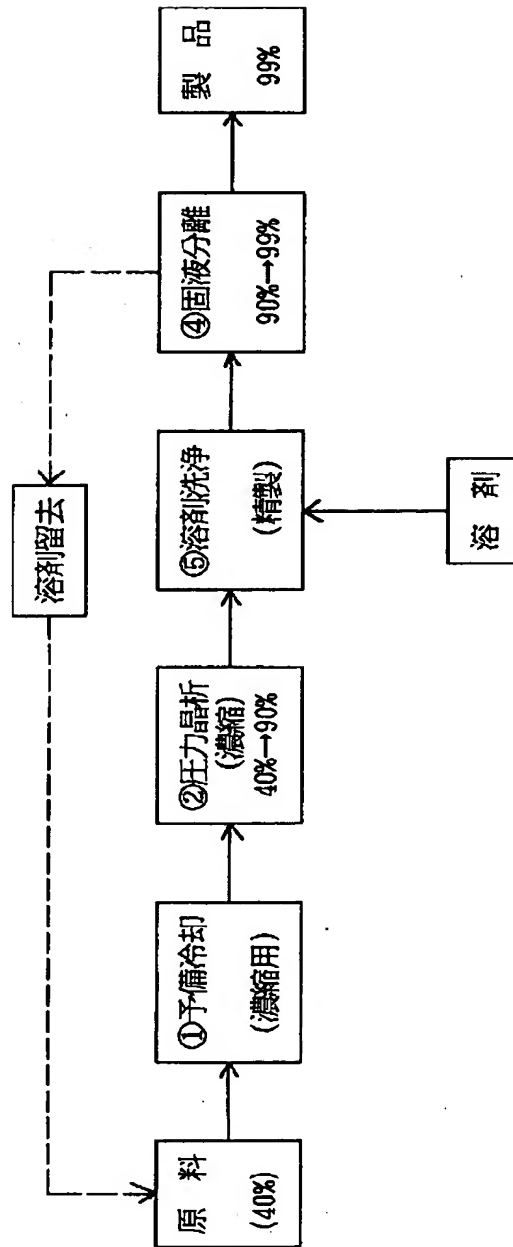
【図3】従来の濃縮・精製法を示すフロー図である。

【図4】従来の濃縮・精製法を示す他のフロー図である。

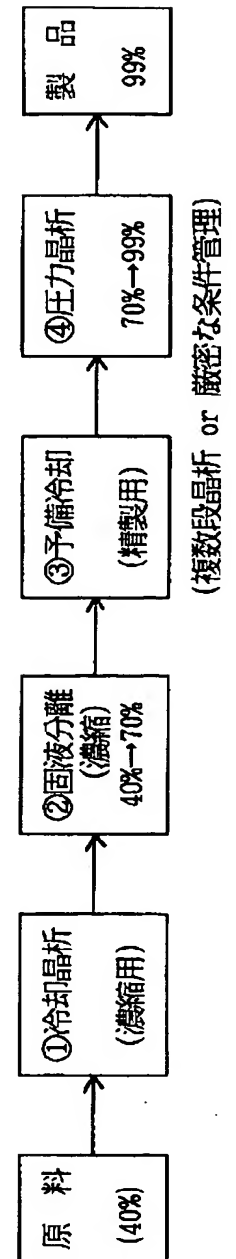
【図 1】



【図 2】



【図 3】





【図4】

